

AUSGEGEBEN AM  
7. OKTOBER 1937REICHSPATENTAMT  
PATENTSCHRIFT

Nr 651 105

KLASSE 8m GRUPPE 7

I 50781 IVd/8m

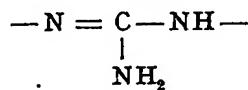
Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 16. September 1937

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. in Frankfurt, Main \*)

Verfahren zum Färben von Textilstoffen mit Azofarbstoffen

Patentiert im Deutschen Reiche vom 18. Oktober 1934 ab

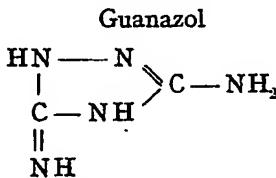
Es wurde gefunden, daß man zu wertvollen Färbungen gelangt, wenn man Azofarbstoffe, zu deren Herstellung solche heterocyclischen Amine verwendet worden sind, die im heterocyclischen Rest die Gruppe



enthalten, auf der Faser in ihre Schwermetallkomplexverbindungen überführt. Diese Azofarbstoffe sind z. B. aus »The Chemical News«, Bd. 112, 1915, S. 154, und aus »Liebig's Annalen der Chemie«, Bd. 270, 1892, S. 59 bis 63, bekannt.

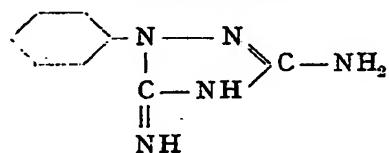
Als Diazokomponenten zur Herstellung derartiger Azofarbstoffe können z. B. weiterhin dienen:

20 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol  
(vgl. Patentschrift 426 343)



30 (vgl. Journal für praktische Chemie, Bd. 88, 1913, S. 310),

Phenylguanazol



35

(vgl. Gazzetta Chimica Italiana, Bd. 21, Teil II, 1891, S. 146, und Bd. 31, Teil I, 1901, S. 482).

40

Die Diazoverbindungen dieser Amine besitzen im allgemeinen eine wesentlich größere Kupplungsenergie als Diazoverbindungen von o-Aminophenolen, so daß es gelingt, sie auch mit Azokomponenten zu vereinigen, die mit o-Oxydiazoverbindungen nicht mehr kuppeln.

Ist es zunächst außerordentlich überraschend, daß die erfundungsgemäß verwendeten, durch Diazotieren dieser Amine und Kuppeln mit Azokomponenten, wie Phenolen, aromatischen Aminen, Aminonaphtholsulfonsäuren, Pyrazolonen, Acetessigsäurearylidien oder Oxychinolinen, erhältlichen Farbstoffe die Eigenschaft besitzen, mit Schwermetallverbindungen, z. B. mit denen des Kupfers, Nickels, Eisens, Chroms oder Kobalts, wertvolle Metallkomplexverbindungen zu bilden, so besteht ein weiterer Vorteil darin, daß das Wasserstoffatom der Iminogruppe, welche der Aminogruppe oder Azogruppe benachbart ist, 55

60

\*) Von dem Patentsucher sind als die Erfinder angegeben worden:

Dr. Carl Taube in Leverkusen-I. G. Werk  
und Dr. Johann Heinrich Helberger in München-Laim.

in diesen Farbstoffen derart sauer reagiert, daß es die löslich machenden Eigenschaften einer Carbonsäure- oder Sulfonsäuregruppe besitzt. Dieses Verhalten ermöglicht es, Farbstoffe aus z. B. diazotiertem Aminotetrazol und einer Azokomponente, die weder Sulfonsäure noch Carbonsäuregruppen trägt, zum Färben von Textilstoffen zu verwenden und die Färbungen durch Nachbehandeln auf der Faser mit komplexbildenden Metallsalzen waschecht zu machen, d. h. den Farbstoff auf der Faser in die unlösliche Metallkomplexverbindung zu überführen.

15

## Beispiel 1

10 g Baumwolle werden in einem Bade, bestehend aus 200 ccm Wasser, 2 g Natriumsulfat, 0,2 g Natriumcarbonat und 0,2 g des durch saure Kupplung von diazotierter 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol-3-carbonsäure mit 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure und darauffolgende alkalische Kupplung mit 3, 3'-Dimethoxy-4, 4'-diaminodiphenyl hergestellten Farbstoffs; 1 Stunde bei 95 bis 100°C gefärbt. Hierauf wird gespült und 30 Minuten in einem Bade, bestehend aus 200 ccm Wasser, 0,3 g Kupfersulfat und etwas Essigsäure, bei 50 bis 60°C nachbehandelt. Man erhält licht- und waschechte marineblaue Töne.

35

	Farbstoff	Faser	Metall	Farbton	95
35	1. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol $\longrightarrow$ 1-(2'-Chlorphenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	Wolle	Chrom	gelb	
40	2. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol $\longrightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon	Wolle	Chrom	gelb	100
45	3. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol $\longrightarrow$ 1-(2', 5'-Dichlorphenyl)-3-methyl-5-pyrazolon	Wolle	Chrom	gelb	
50	4. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol $\longrightarrow$ 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon-2'-sulfonsäure	Wolle	Chrom	gelb	105
55	5. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol $\longrightarrow$ 1-(5'-Chlorphenyl)-3-methyl-5-pyrazolon-2'-sulfonsäure	Wolle	Chrom	gelb	
60	6. Phenylguanazol (s. Seite 1) $\longrightarrow$ 1-(5'-Chlorphenyl)-3-methyl-5-pyrazolon-2'-sulfonsäure	Wolle	Chrom	gelb	110
	7. Phenylguanazol (s. Seite 1) $\longrightarrow$ 2-Amino-8-oxy-naphthalin-6-sulfonsäure	Wolle	Chrom	rotbraun	
55	8. Phenylguanazol (s. Seite 1)	Baumwolle	Kupfer	marineblau	115
	↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure				
	↑ 4, 4'-Diaminodiphenyl-3, 3'-dicarbonsäure				
	↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure				
60	↑ Phenylguanazol (s. Seite 1)				120

## Beispiel 2

10 g Baumwolle werden in einem Bade, bestehend aus 200 ccm Wasser, 2 g Natriumsulfat, 0,2 g Natriumcarbonat und 0,2 g des durch saure Kupplung von diazotiertem 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol mit 1, 3-Dioxybenzol und darauffolgende Kupplung mit 4, 4'-Diaminodiphenyl hergestellten Farbstoffes, 1 Stunde bei 95 bis 100°C gefärbt. Hierauf wird gespült und 30 Minuten in einem Bade aus 200 ccm Wasser, 0,3 g Kupfersulfat und etwas Essigsäure bei 50 bis 60°C nachbehandelt. Man erhält licht- und waschechte Töne. 75

## Beispiel 3

10 g Wolle werden in einem Bade, bestehend aus 300 ccm Wasser, 1,5 g Natriumsulfat, 3 g 30prozentiger Essigsäure und 0,2 g des durch Kupplung von diazotierter 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol-3-carbonsäure mit Salicylsäure hergestellten Farbstoffes, 1 Stunde bei Siedetemperatur gefärbt. Hierauf wird gespült und in einem Bade aus 300 ccm Wasser, 3 g 30prozentiger Essigsäure und 3 g Kaliumchromat 1 Stunde bei Siedetemperatur nachbehandelt. Man erhält gelbbraune Töne von guter Walkechtheit.

In der folgenden Zusammenstellung sind weitere, in entsprechender Weise hergestellte Färbungen aufgeführt: 90

	Farbstoff	Faser	Metall	Farbton	
5	9. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol → 2-(2'-Oxynaphthalin-3'-carboylamino)-naphthalin	Baumwolle	Nickel	rot	65
	10. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol → 2-Oxynaphthalin ...	Wolle	Chrom	bordeaux	
10	11. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol → 1, 3-Dioxybenzol ↑ 4, 4'-Diamindiphenylharnstoff ↓ 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol → 1, 3-Dioxybenzol	Baumwolle	Kupfer	braun	70
15	12. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol → 1, 3-Dioxybenzol ↑ 4, 4'-Diaminodiphenylamin ↓ 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol → 1, 3-Dioxybenzol	Baumwolle	Kupfer	braun	75
20	13. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol ↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure ↑ 3, 3'-Dimethoxy-4, 4-diaminodiphenyl ↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure	Baumwolle	Kupfer	marineblau	80
25	25. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol				85
30	14. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol ↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure ↑ 4, 4'-Diaminodiphenyl ↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure ↑ 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol	Baumwolle	Kupfer	marineblau	90
35	35. 15. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol ↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure ↑ 4, 4'-Diaminodiphenyl-3, 3'-dicarbonsäure ↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure ↑ 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol	Baumwolle	Kupfer	marineblau	95
40					100
45	16. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol ↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure ↑ 4, 4'-Diaminodiphenylamin ↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure ↑ 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol	Baumwolle	Kupfer	schwarzblau	105
50					110
55	17. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol ↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure ↑ 4, 4'-Diaminodiphenyl ↓ Salicylsäure	Baumwolle	Kupfer	schwarzbraun	115
60	18. 5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol → 1, 3-Dioxybenzol ↓ 4, 4'-Diaminodiphenyl ↓ Salicylsäure	Baumwolle	Kupfer	gelbbraun	120

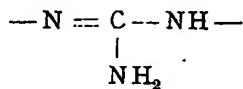
	Farbstoff	Faser	Metall	Farbton	
19.	5-Amino-1, 2, 4-triazol-3-carbonsäure → 8-Amino-2-methylchinolin → 2-Phenylamino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure	Baumwolle	Kupfer	grünblau	65
20.	5-Amino-1, 2, 4-triazol ↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure	Baumwolle	Kupfer	marineblau	70
21.	↑ 3, 3'-Dimethoxy-4, 4-diaminodiphenyl ↓ 2-Amino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure	Baumwolle	Kupfer	marineblau	75
22.	↑ 5-Amino-1, 2, 4-triazol	Baumwolle	Kupfer	marineblau	80
23.	5-Amino-1, 2, 4-triazol → 1, 3-Diaminobenzol ↓ 4, 4'-Diaminodiphenyl-3, 3'-dicarbonsäure	Baumwolle	Kupfer	braun	85
24.	5-Amino-1, 2, 4-triazol → 1, 3-Diaminobenzol	Baumwolle	Kupfer	braun	90
25.	5-Amino-1, 2, 4-triazol → 1, 3-Dioxybenzol ↓ 4, 4'-Diaminodiphenyl-3, 3'-dicarbonsäure	Baumwolle	Kupfer	braun	95
26.	5-Amino-1, 2, 4-triazol → 1, 3-Dioxybenzol	Baumwolle	Kupfer	braun	100
27.	5-Amino-1, 2, 4-triazol ↓ 6-Methyl-1, 3-diaminobenzol	Baumwolle	Kupfer	braun	105
28.	4, 4'-Diaminodiphenyl-3, 3'-dicarbonsäure ↓ 6-Methyl-1, 3-diaminobenzol	Baumwolle	Kupfer	schwarzbraun	110
29.	5-Amino-1, 2, 4-triazol	Baumwolle	Kupfer	gelb	115
30.	5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol ↓ 4, 4'-Diacetoacetylarnino-3, 3'-dimethyldiphenyl	Baumwolle	Kupfer	schwarzbraun	120
31.	5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol	Baumwolle	Kupfer	schwarzbraun	
32.	5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol → 1, 3-Diaminobenzol ↓ 3, 3'-Dimethoxy-4, 4'-diaminodiphenyl	Baumwolle	Kupfer	schwarzbraun	
33.	5-Amino-1, 2, 3, 4-tetrazol → 1, 3-Diaminobenzol	Baumwolle	Kupfer	schwarzbraun	

## PATENTANSPRUCH:

Verfahren zum Färben von Textilstoffen mit Azofarbstoffen, dadurch gekenn-

zeichnet, daß man Azofarbstoffe aus diazotierten heterocyclischen Aminen, die im heterocyclischen Rest die Gruppe

5



15

10 enthalten, und Azokomponenten von beliebigem Aufbau auf der Faser in Schwermetallkomplexverbindungen überführt.

20